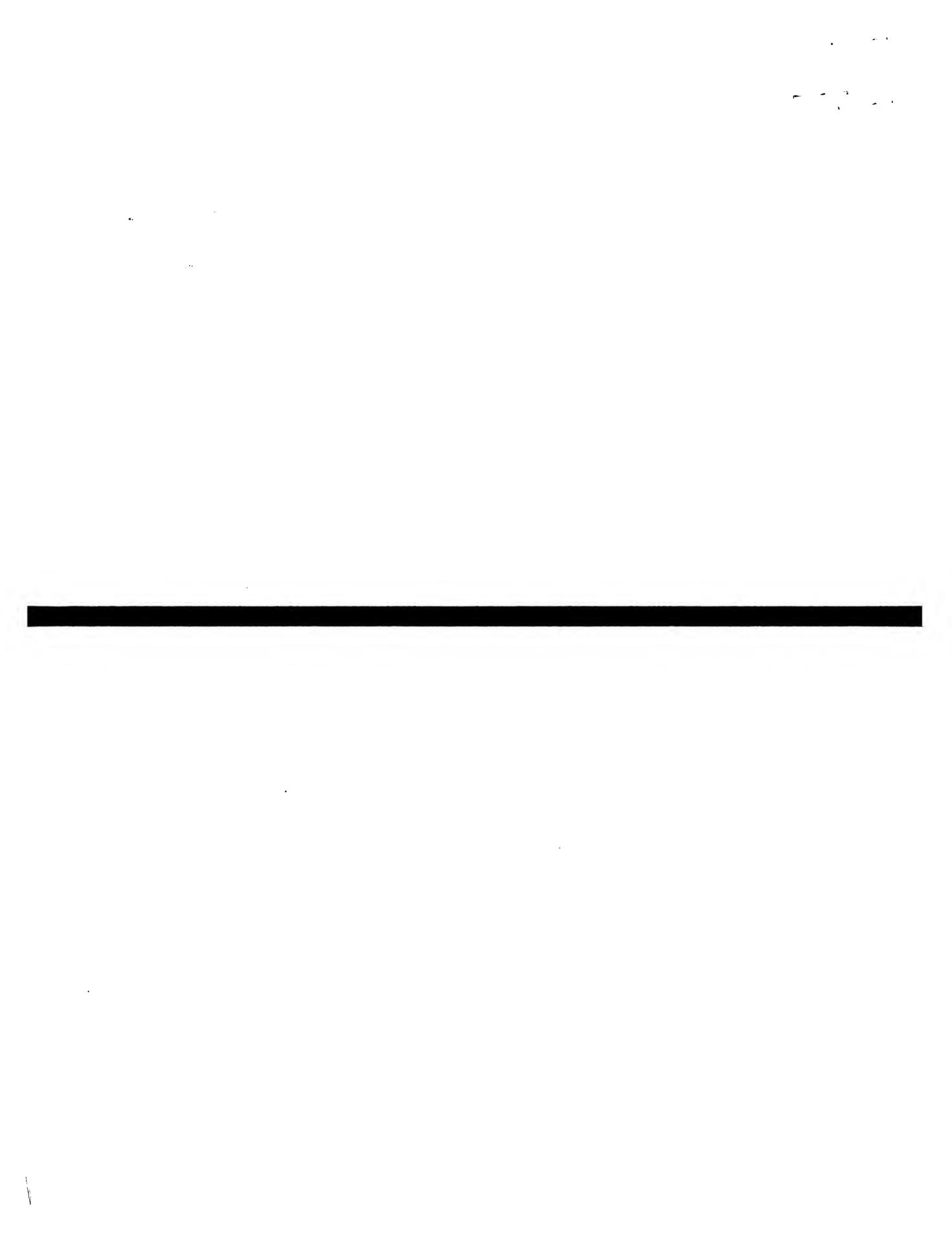


RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

(article 18 et règles 43 et 44 du PCT)

Déférence du dessier du déseaut au		
Référence du dossier du déposant ou du mandataire BCT000037/DB0	POUR SUITE Voir la notification d (formulaire PCT/IS/ A DONNER	transmission du rapport de rech rche internationale A/220) et, l cas échéant, le point 5 ci-après
Demande internationale n°	Date du dépôt international (jour/mois/a	année) (Date de priorité (la plus ancienne)
PCT/FR 00/01504	31/05/2000	(jour/mois/année) 04/06/1999
Déposant	31/03/2000	04/00/1999
ROQUETTE FRERES		
Le présent rapport de recherche internation déposant conformément à l'article 18. Une	onale, établi par l'administration chargée e copie en est transmise au Bureau inter	de la recherche internationale, est transmis au national.
Ce rapport de recherche internationale co	mprend n2 feuilles.	
	l'une copie de chaque document relatif à	a l'état de la technique qui y est cité.
4 Beec du report		
Base du rapport a. En ce qui concerne la langue, la	recherche internationale a été effectuée	sur la base de la demande internationale dans la
langue dans laquelle elle a été dé	posée, sauf indication contraire donnée	sous le même point.
la recherche international	e a été effectuée sur la base d'une tradu	ction de la demande internationale remise à l'administration.
b. En ce qui concerne les séquence	s de nucléotides ou d'acides aminés	divulguées dans la demande internationale (le cas échéant),
	effectuée sur la base du listage des séque internationale, sous forme écrite.	ences:
	e internationale, sous forme déchiffrable	par ordinateur.
remis ultérieurement à l'a	dministration, sous forme écrite.	
remis ultérieurement à l'ac	dministration, sous forme déchiffrable pa	r ordinateur.
La déclaration, selon laqu divulgation faite dans la de	elle le listage des séquences présenté pa emande telle que déposée, a été fournie	ar écrit et fourni ultérieurement ne vas pas au-delà de la
La déclaration, selon laqu du listage des séquences	elle les informations enregistrées sous fo présenté par écrit, a été fournie.	orme déchiffrable par ordinateur sont identiques à celles
2. Il a été estimé que certal	nes revendications ne pouvalent pas	faire l'objet d'une recherche (voir le cadre I).
3. Il y a absence d'unité de	l'Invention (voir le cadre II).	
4. En ce qui concerne le titre,		
le texte est approuvé tel q	u'il a été remis par le déposant.	
Le texte a été établi par l'a	administration et a la teneur suivante:	
5. En ce qui concerne l'abrégé,		
le texte est approuvé tel q	u'il a été remis par le déposant	
le texte (reproduit dans le présenter des observation de recherche international	s à l'administration dans un délai d'un me	conformément à la règle 38.2b). Le déposant peut ois à compter de la date d'expédition du présent rapport
6. La figure des dessins à publi r avec l	'abrégé st la Figure n°	
suggérée par l déposant.		Aucun des figures
parce que l déposant n'a	. 00	n'est à publier.
parce que cett figure care	ctérise mi ux l'invention.	





PCT 00/01504

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE CIB 7 D21H17/28 D21H17/29 C08L3/08

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) CIB 7 D21H C08L

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

WPI Data, EPO-Internal, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie °	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	DATABASE WPI Section Ch, Week 199340 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class All, AN 1993-318011 XP002130349 & JP 05 230792 A (SANWA KOSAN KK), 7 septembre 1993 (1993-09-07) abrégé	1,3-7
Α	WO 99 02597 A (WULF STEFAN ;BENGS HOLGER (DE); HOECHST RES & TECH GMBH & CO (DE)) 21 janvier 1999 (1999-01-21) 1e document en entier	1,3,4,7,
A	EP 0 282 415 A (ROQUETTE FRERES) 14 septembre 1988 (1988-09-14) cité dans la demande le document en entier	1-9

	Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents
--	--

Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

- ° Catégories spéciales de documents cités:
- "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée
- "T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- "X" document particulièrement pertinent; l'inven tion revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

- "Y" document particulièrement pertinent; l'inven tion revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- "&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

3 août 2000

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

.....

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentiaan 2 NI – 2280 HV Riiswiik

NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31–70) 340–2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31–70) 340–3016

Fonctionnaire autorisé

10/08/2000

Bernardo Noriega, F

		pro to the second
	-	. ,

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information patent family members

PCT/00/01504

							00/01304
	atent document d in search report		Publication date		atent family nember(s)		Publication dat
JP	5230792	Α	07-09-1993	NONE			
WO	9902597	A	21-01-1999	DE	19729305		14-01-1999
				EP	0996673	A	03-05-2000
EP	0282415	Α	14-09-1988	FR	2612213	Α	16-09-1988
				AT	63343	T	15-05-1991
				AU	608577	В	11-04-1991
				AU	1304088	Α	15-09-1988
				CA	1302020	Α	02-06-1992
				DE	3862661	D	13-06-1991
				DK	135088	Α	14-09-1988
				ES	2022649	T	16-12-1999
				FI	881107	A,B,	14-09-1988
				GR	3001914	T	23-11-1992
				JP	2667185		27-10-1997
				JP	63264997		01-11-1988
				NO	881107		14-09-1988
				PT	86961	A,B	01-04-1988
				US	5129989	Α	14-07-1992

PCT

REQUÊTE

Réservé à l'offic epteur	_
Demande internationale nº	
Date du dépôt international	
Nom de l'office récepteur et "Demande internationale PCT"	

Le soussigné requiert que la présente demande internationale soit traitée conformément au Traité de coopération en matière de brevets.	Référence du dossier du d	et "Demande internationale PCT" léposant ou du mandataire (facultatif) BCT000037/DB0
Cadre n° I TITRE DE L'INVENTION Composition	n et procédé pour	la fabrication de
structures planes, en particulier du pa		
Cadre n° II DÉPOSANT	•	
Nom et adresse: (Nom de famille suivi du prénom; pour une perso officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le l'adresse indiquée dans ce cadre est l'Etat où le déposant a son de n'est indiqué ci-dessous.)	onne morale, désignation nom du pays. Le pays de omicile si aucun domicile	Cette personne est aussi inventeur.
ROQUETTE FRERES 62136 LESTREM		n° de téléphone
FRANCE		n° de télécopieur
·		n° de téléimprimeur
Nationalité (nom de l'État) :	Domicile (nom de l'État	i):
FR	FR	
Cette personne est déposant pour : tous les États dés désignés X les États-Unis d'A		nis d'Amérique es États indiqués dans le cadre supplémentaire
Cadre nº III AUTRE(S) DÉPOSANT(S) OU (AUTRE(S)) I	NVENTEUR(S)	
Nom et adresse: (Nom de famille suivi du prénom; pour une pers officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le l'adresse indiquée dans ce cadre est l'Etat où le déposant a son de n'est indiqué ci-dessous.) LOKIETEK Bruno 1, rue Lamartine 62670 MAZINGARBE FRANCE	conne morale, désignation e nom du pays. Le pays de lomicile si aucun domicile	Cette personne est: déposant seulement déposant et inventeur inventeur seulement (Si cette case est cochée, ne pas remplir la suite.)
Nationalité (nom de l'État) : FR	Domicile (nom de l'Étai	1):
Cette personne est tous les États tous les États désignant de la constant de la c	anés cauf 📁 les États-I	nis d'Amérique [] les États indiqués dans
déposant pour : désignés les États-Unis d'A	mérique X seulement	le cadre supplémentaire
D'autres déposants ou inventeurs sont indiqués sur une feu	ille annexe.	
Cadre n° IV MANDATAIRE OU REPRÉSENTANT COM	MUN; OU ADRESSE P	OUR LA CORRESPONDANCE
La personne dont l'identité est donnée ci-dessous est/a été désignée pou des déposants auprès des autorités internationales compétentes, comme		mandataire représentant commun
Nom et adresse: (Nom de famille suivi du prénom; pour une personne complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le	morale, désignation officielle nom du pays.)	n° de téléphone 01 44 63 41 11
BOULINGUIEZ Didier - TOUATI Catherine		n° de télécopieur
NARGOLWALLA Cyra CABINET PLASSERAUD		01 42 80 01 59
84 rue d'Amsterdam 75440 PARIS CEDEX 09		n° de téléimprimeur
FRANCE		
Adresse pour la correspondance : cocher cette case lorsque et que l'espace ci-dessus est utilisé pour indiquer une adres	ue aucun mandataire ni repr sse spéciale à laquelle la co	esentant commun n'est/n'a été désigné rrespondance doit être envoyue.

		1	7
			•
	•		

Suite du cadre n° III AUTRE(S) DÉPOSANT(S) OU (AUTI	RE(S)) INVENTEUR(S)	•
Si aucun des sous-cadres suivants n'est utilisé, ce	tte feuille ne doit pas êtr	e incluse dans la requête.
Nom et adresse: (Nom de famille suivi du prénom; pour une person officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le rel'adresse indiquée dans ce cadre est l'État où le déposant a son doin est indiqué ci-dessous.)	nne morale, désignation nom du pays. Le pays de micile si aucun domicile	Cette personne est :
LEFER Pierre		déposant seulement
76Bis, route d'Hazebrouck 59660 MERVILLE		XX déposant et inventeur
FRANCE		inventeur seulement (Si cette case est cochée, ne pas remplir la suite.)
Nationalité (nom de l'État) : FR	Domicile (nom de l'État FR):
Cette personne est déposant pour : tous les États désignés les États-Unis d'An	nérique	is d'Amérique les États indiqués dans le cadre supplémentaire
Nom et adresse: (Nom de famille suivi du prénom; pour une perso officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le l'adresse indiquée dans ce cadre est l'Etat où le déposant a son do n'est indiqué ci-dessous.)	nom au pays. Le pays ae	Cette personne est :
DONDEYNE Marcel		déposant seulement
29, rue des Planquettes 62232 HINGES		déposant et inventeur
FRANCE		inventeur seulement (Si cette case est cochée, ne pas remplir la suite.)
Nationalité (nom de l'État): FR	Domicile (nom de l'État FR):
Cette personne est déposant pour : tous les États désignés les États-Unis d'An		is d'Amérique les États indiqués dans le cadre supplémentaire
Nom et adresse: (Nom de famille suivi du prénom; pour une perso officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le l'adresse indiquée dans ce cadre est l'Etat où le déposant a son do n'est indiqué ci-dessous.)	nom du pays. Le pays de	Cette personne est :
MERLE DU BOURG Régis		déposant seulement
2, Place Massenet 59110 LA MADELEINE		X déposant et inventeur
FRANCE		inventeur seulement
		(Si cette case est cochée, ne pas remplir la suite.)
Nationalité (nom de l'État) : FR	Domicile (nom de l'État	FR
Cette personne est déposant pour : tous les États les États désignés les États-Unis d'Ar		les États indiqués dans le cadre supplémentaire
Nom et adresse : (Nom de famille suivi du prénom; pour une perso officielle complète. L'adresse doit comprendre le code postal et le l'adresse indiquée dans ce cadre est l'Etat où le déposant a son do	nne morale, désignation nom du pays. Le pays de micile si aucun domicile	Cette personne est:
n'est indiqué ci-dessous.) LADRET Marika		déposant seulement
2, rue de la Chapelle 59840 LOMPRET	:	X déposant et inventeur
FRANCE		inventeur seulement (Si cette case est cochée, ne pas remplir la suite.)
Nationalité (nom de l'État) :	Domicile (nom de l'Éta	i):
FR	<u> </u>	FR
Cette personne est déposant pour : tous les États désignés les États-Unis d'An		les États indiqués dans le cadre supplémentaire
D'autres déposants ou inventeurs sont indiqués sur une autre	feuille annexe.	

.,				
	<u> </u>			

Feuille n° .5.....

Cadre n	V DESIGNATION D'ETATS			
Les dési Brevet i	gnations suivantes sont faites conformément à la règle 4.9 régional	.a) (coche	er les cases appropriées; une au moins doit l'être);
	Brevet ARIPO: GH Ghana, GM Gambie, KE Ke	nya, gand	LS da, ZV	Lesotho, MW Malawi, SD Soudan, SL Sierra Leone, W Zimbabwe et tout autre État qui est un État contractant du
□ EA	Brevet eurasien: AM Arménie, AZ Azerbaïdjan, BY Bél	arus stan	, KG l	Kirghizistan, KZ Kazakhstan, MD République de Moldova, et autre État qui est un État contractant de la Convention sur
⊠ EP	Brevet européen: AT Autriche, BE Belgique, CI DK Danemark, ES Espagne, FI Finlande, FR Fi	anc	e, G	Suisse et Liechtenstein, CY Chypre, DE Allemagne, B Royaume-Uni, GR Grèce, IE Irlande, IT Italie, Suède et tout autre État qui est un État contractant de la
□ OA	Brevet OAPI: BF Burkina Faso, BJ Bénin, Cl CM Cameroun, GA Gabon, GN Guinée, GW Guin TD Tchad, TG Togo et tout autre État qui est un État r	ée-E nem	Bissau bre d	lique centrafricaine, CG Congo, CI Côte d'Ivoire, ML Mali, MR Mauritanie, NE Niger, SN Sénégal, e l'OAPI et un État contractant du PCT (si une autre forme
Brevet	ae protection ou de trattement est sounditée, le préciser sur la tigne national (si une autre forme de protection ou de traitement est so	•	•	
l	Émirats arabes unis			Liberia
	Albanie			Lesotho
1	Arménie	_	LT	Lituanie
☐ AT	Autriche		LU	Luxembourg
☐ AU	Australie		LV	Lettonie
	Azerbaïdjan			Maroc
	Bosnie-Herzégovine			République de Moldova
	Barbade			Madagascar
	Bulgarie	L	MK	Ex-République yougoslave de Macédoine
	Brésil		BANI	Manalia
	Bélarus	Н		Mongolie
1 —	et LI Suisse et Liechtenstein			Malawi
1 =	Chine	H		Norvège
	Costa Rica			Nouvelle-Zélande
	Cuba			Pologne
	République tchèque			Portugal
<u> </u>	Allemagne		RO	Roumanie
☐ DK	Danemark		RU	Fédération de Russie
☐ DM	Dominique			Soudan
☐ EE	Estonie			Suède
☐ ES	Espagne	님		Singapour
FI	Finlande			Slovénie
	Royaume-Uni		SK SL	Sierra Leone
1	Grenade Géoggie		TJ	Tadjikistan
	Géorgie	H		Turkménistan
	Gambie			Turquie
<u> </u>	Croatie		TT	Trinité-et-Tobago
1 —	Hongrie		TZ	République-Unie de Tanzanie
	Indonésie		UA	Ukraine
	Israël		UG	Ouganda
□ IN	Inde	X		États-Unis d'Amérique
	Islande			•••••••••••••
☐ JP	Japon			Ouzbékistan
□ KE	Kenya			Viet Nam
□ KG				Yougoslavie
☐ KP	République populaire démocratique de Corée .			Afrique du Sud
	n	Ц		Zimbabwe
1 —	République de Corée			servées pour la désignation d'États qui sont devenus parties après la publication de la présente feuille :
_	Kazakhstan			•
1	Sainte-Lucie			• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •
	Sri Lanka			tions faitas ai decays. Is déposant fait aussi conformé
à la règl supplér faites so de la da	e 4.9.b) toutes les désignations qui seraient autorisées en ve nentaire comme étant exclue de la portée de cette déclarat ous réserve de confirmation et que toute désignation qui n'e	rtu c ion. est p	lu PC Le (as coi	tions faites ci-dessus, le déposant fait aussi conformément T, à l'exception de toute désignation indiquée dans le cadre déposant déclare que ces désignations additionnelles sont afirmée avant l'expiration d'un délai de 15 mois à compter piration de ce délai. (La confirmation (y compris les taxes)

		•
		•

Feuille n° . . . D'autr endications de priorité sont ΤÉ REVENDICATION DE PR Cadre nº VI ans le cadre supplémentaire. indique Lorsque la demande antérieure est une : Numéro Date de dépôt de la demande antérieure de la demande antérieure demande nationale: demande régionale :* demande internationale: (jour/mois/année) office régional office récepteur pays (1) 4 JUIN 1999 99 07086 **FRANCE** (04/06/1999)(2)(3) L'office récepteur est prié de préparer et de transmettre au Bureau international une copie certifiée conforme de la ou des demandes antérieures (seulement si la demande antérieure a été déposée auprès de l'office qui, aux sins de la présente demande internationale, est l'office récepteur) indiquées ci-dessus au(x) point(s) : * Si la demande antérieure est une demande ARIPO, il est obligatoire d'indiquer dans le cadre supplémentaire au moins un pays partie à la Convention de Paris pour la protection de la propriété industrielle pour lequel cette demande antérieure a été déposée (règle 4.10.b)ii)). Voir le cadre supplémentaire. ADMINISTRATION CHARGÉE DE LA RECHERCHE INTERNATIONALE Cadre nº VII Demande d'utilisation des résultats d'une recherche antérieure; mention de Choix de l'administration chargée de la recherche cette recherche (si une recherche antérieure a été effectuée par l'administration internationale (ISA) (si plusieurs administrations chargée de la recherche internationale ou demandée à cette dernière) : chargées de la recherche internationale sont compétentes pour procéder à la recherche internationale, indiquer Numéro Pays (ou office régional) Date (jour/mois/année) l'administration choisie; le code à deux lettres peut être FRANCE utilisé): 11 FEVRIER 2000 573214 ISA / EP BORDEREAU; LANGUE DE DÉPÔT Cadre nº VIII Le ou les éléments cochés ci-après sont joints à la présente demande internationale : La présente demande internationale contient le nombre de feuilles suivant : 1. I feuille de calcul des taxes 4 2. Douvoir distinct signé requête 3. Copie du pouvoir général; numéro de référence, le cas échéant : 20 description (sauf partie réservée au listage des séquences) 4.

explication de l'absence d'une signature 2 revendications 5. 🔀 document(s) de priorité indiqué(s) dans le cadre n° VI au(x) point(s) : 1 abrégé 6. traduction de la demande internationale en (langue): dessins 7. Indications séparées concernant des micro-organismes ou autre matériel partie de la description réservée biologique déposés au listage des séquences 8. listage des séquences de nucléotides ou d'acides aminés sous forme déchiffrable par ordinateur 27 Nombre total de feuilles 9. A autres éléments (préciser) : COPIE RAPPORT DE RECHERCHE Langue de dépôt de la Figure des dessins qui FRANCAISE demande internationale: doit accompagner l'abrégé : SIGNATURE DU DÉPOSANT OU DU MANDATAIRE Cadre nº IX À côté de chaque signature, indiquer le nom du signataire et, si cela n'apparaît pas clairement à la lecture de la requête, à quel titre l'intéressé signe. Paris, 1e 31 MAI 2000 BOULINGUIEZ Didier Réservé à l'office récepteur 1. Date effective de réception des pièces supposées 2. Dessins: constituer la demande internationale : reçus: 3. Date effective de réception, rectifiée en raison de la réception ultérieure, mais dans les délais, de documents ou de dessins complétant ce qui est supposé constituer la demande internationale : non reçus: 4. Date de réception, dans les délais, des corrections demandées selon l'article 11.2) du PCT : Transmission de la copie de recherche différée 5. Administration chargée de la recherche 6. internationale (si plusieurs sont compétentes): ISA/ jusqu'au paiement de la taxe de recherche. Réservé au Bureau international Date de réception de l'exemplaire original par le Bureau international:

				•	
	•				
	•				
•					

TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

Expéditeur: L'ADMINISTRATION CHARGEE DE

L'EXAMEN PRELIMINAIRE INTERNATIONAL



- 1. Il est notifié au déposant que l'administration chargée de l'examen préliminaire international a établi le rapport d'examen préliminaire international pour la demande internationale et le lui transmet ci-joint, accompagné, le cas échéant, de ces annexes.
- 2. Une copie du présent rapport et, le cas échéant, de ses annexes est transmise au Bureau international pour communication à tous les offices élus.
- 3. Si tel ou tel office élu l'exige, le Bureau international établira une traduction en langue anglaise du rapport (à l'exclusion des annexes de celui-ci) et la transmettra aux offices intéressés.

4. RAPPEL

Pour aborder la phase nationale auprès de chaque office élu, le déposant doit accomplir certains actes (dépôt de traduction et paiement des taxes nationales) dans le délai de 30 mois à compter de la date de priorité (ou plus tard pour ce qui concerne certains offices) (article 39.1) (voir aussi le rappel envoyé par le Bureau international dans le formulaire PCT/IB/301).

Losrqu'une traduction de la demande internationale doit être remise à un office élu, elle doit comporter la traduction de toute annexe du rapport d'examen préliminaire international. Il appartient au déposant d'établir la traduction en question et de la remettre directement à chaque office élu intéressé.

Pour plus de précisions en ce qui concerne les délais applicables et les exigences des offices élus, voir le Volume II du Guide du déposant du PCT.

Nom et adresse postale de l'adminstration chargée de l'examen préliminaire international

Office européen des brevets - P.B. 5818 Patentlaan 2 NL-2280 HV Rijswijk - Pays Bas Tél. +31 70 340 - 2040 Tx: 31 651 epo n!

Fax: +31 70 340 - 3016

Fonctionnaire autorisé

Smits, A

Tél.+31 70 340-3596



			•
		. 40	•
		,	
A.			

PCT

RAPPORT D'EXAMEN PRELIMINAIRE INTERNATIONAL

(article 36 et règle 70 du PCT)

Référence de mandataire BCT0000		ssier du déposant ou du BO	POUR SUITE A DO		fication de transmission du rapport d'examen e international (formulaire PCT/IPEA/416)
Demande ir			Date du dépot internation	nal (jour/mois/année)	Date de priorité (jour/mois/année)
PCT/FRO			31/05/2000		04/06/1999
Classification D21H17/		rnationale des brevets (CIE	3) ou à la fois classification r	nationale et CIB	
Déposant					
ROQUET	TE F	FRERES			
		• •	ninaire international, étal sant conformément à l'a		ion chargée de l'examen préliminaire
2. Ce R	APPC	ORT comprend 4 feuilles	, y compris la présente f	euille de couverture	•
é l'a a	té mo admir dmini	odifiées et qui servent de nistration chargée de l'ex istratives du PCT).	e base au présent rappo kamen préliminaire interi	rt ou de feuilles conf	les revendications ou des dessins qui ont tenant des rectifications faites auprès de e 70.16 et l'instruction 607 des Instructions
Ces a	ınnex	es comprennent feuilles	S.		
3. Le pro	ésent ⊠	rapport contient des inc	dications relatives aux po	oints suivants:	
II		Priorité			
III		Absence de formulatio d'application industriell	n d'opinion quant à la no le	ouveauté, l'activité in	nventive et la possibilité
IV		Absence d'unité de l'in	vention		
V	\boxtimes		elon l'article 35(2) quant le; citations et explication		tivité inventive et la possibilité déclaration
VI		Certains documents ci	tés		
VII		Irrégularités dans la de	emande internationale		
VIII		Observations relatives	à la demande internation	nale	
Date de pré		tion de la demande d'exam	en préliminaire	Date d'achèvement d	du présent rapport
27/12/20	00			10.08.2001	
		oostale de l'administration c aire international:	hargée de	Fonctionnaire autoris	SÉ
	Offic	ce européen des brevets - F 2280 HV Rijswijk - Pays Ba +31 70 340 - 2040 Tx: 31 6	s	Bernardo Norieg	ya, F
	Fax:	+31 70 340 - 3016		N° de téléphone +31	70 340 2581

		•
		4

RAPPORT D'EXAMEN PRÉLIMINAIRE INTERNATIONAL

Demande internationale n° PCT/FR00/01504

I. Base du rapport

1. En ce qui concerne les éléments de la demande internationale (les feuilles de remplacement qui ont été remises à l'office récepteur en réponse à une invitation faite conformément à l'article 14 sont considérées dans le présent rapport comme "initialement déposées" et ne sont pas jointes en annexe au rapport puisqu'elles ne contiennent pas de modifications (règles 70.16 et 70.17)): Description, pages: version initiale 1-20 Revendications, N°: version initiale 1-9 2. En ce qui concerne la langue, tous les éléments indiqués ci-dessus étaient à la disposition de l'administration ou lui ont été remis dans la langue dans laquelle la demande internationale a été déposée, sauf indication contraire donnée sous ce point. Ces éléments étaient à la disposition de l'administration ou lui ont été remis dans la langue suivante: , qui est : la langue d'une traduction remise aux fins de la recherche internationale (selon la règle 23.1(b)). la langue de publication de la demande internationale (selon la règle 48.3(b)). la langue de la traduction remise aux fins de l'examen préliminaire internationale (selon la règle 55.2 ou 55.3). 3. En ce qui concerne les séquences de nucléotides ou d'acide aminés divulguées dans la demande internationale (le cas échéant), l'examen préliminaire internationale a été effectué sur la base du listage des séquences: contenu dans la demande internationale, sous forme écrite. déposé avec la demande internationale, sous forme déchiffrable par ordinateur. remis ultérieurement à l'administration, sous forme écrite. remis ultérieurement à l'administration, sous forme déchiffrable par ordinateur. La déclaration, selon laquelle le listage des séquences par écrit et fourni ultérieurement ne va pas au-delà de la divulgation faite dans la demande telle que déposée, a été fournie. La déclaration, selon laquelle les informations enregistrées sous déchiffrable par ordinateur sont identiques à celles du listages des séquences Présenté par écrit, a été fournie. 4. Les modifications ont entraîné l'annulation : de la description, pages: des revendications, nos:

feuilles:

des dessins,

		•
		•

RAPPORT D'EXAMEN PRÉLIMINAIRE INTERNATIONAL

Demande internationale n° PCT/FR00/01504

5. C	Le présent rapport a été formulé abstraction faite (de certaines) des modifications, qui ont été considérées
	comme allant au-delà de l'exposé de l'invention tel qu'il a été déposé, comme il est indiqué ci-après (règle
	70.2(c)):

(Toute feuille de remplacement comportant des modifications de cette nature doit être indiquée au point 1 et annexée au présent rapport)

- 6. Observations complémentaires, le cas échéant :
- V. Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration
- 1. Déclaration

Nouveauté Oui : Revendications 1-9

Non: Revendications

Activité inventive Oui : Revendications 1-9

Non: Revendications

Possibilité d'application industrielle Oui : Revendications 1-9

Non: Revendications

2. Citations et explications voir feuille séparée

•
.

Concernant le point V

Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration

D1: DATABASE WPI Section Ch, Week 199340 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A11, AN 1993-318011 XP002130349 & JP 05 230792 A (SANWA KOSAN KK), 7 septembre 1993 (1993-09-07)

D2: EP282 415

Nouveauté

Le document D1 décrit un mélange d'amidon cationique et anionique pour le traitement du papier. L'amidon anionique proposé contient des groupes phosphate ou urée-sulphamine.

Le document D2 décrit un procédé de fabrication du papier avec l'addition séparée d'un amido cationique et d'un amidon anionique, de préférence sulfoné.

Aucun des documents cités décrit une composition comprenant au moins une matière amylacée cationique et au moins une matière amylacée sulfonée, l'objet des revendications 1-7 (composition) et 8, 9 (procédés utilisant cette composition) est donc nouveau.

Activité Inventive

Le problème que se propose de résoudre la présente invention est d'améliorer la fixation des amidons au sein d'une structure plane et de simplifier la préparation des amidons à utiliser.

La solution proposée est de sélectionner l'amidon anionique utilisé, en particulier un amidon sulfoné qui est combiné avec un amidon cationique. Ceci permet par rapport à D1 de simplifier le procédé de préparation du mélange, et par rapport à D2 de simplifier le procédé d'addition et d'améliorer la quantité d'amidon fixée.

Auncun des documents cités suggère la composition selon la revendication 1 ni ses avantages. L'objet des revendications 1-9 implique donc une activité inventive.

			a -

RAPPORT D'EXAMEN PRELIMINAIRE INTERNATIONAL

(article 36 et règle 70 du PCT)

Référence du dossier du déposant ou d mandataire BCT000037/DBO	POUR SUITE A DO	N	ication de transmission du rapport d'examen e international (formulaire PCT/IPEA/416)
Demande internationale n°	Date du dépot internatio	nal (jour/mois/année)	Date de priorité (jour/mois/année)
PCT/FR00/01504	31/05/2000		04/06/1999
Classification internationale des brevets D21H17/28	(CIB) ou à la fois classification	nationale et CIB	
Déposant			
ROQUETTE FRERES			
Le présent rapport d'examen printernational, est transmis au contract de la			on chargée de l'examen préliminaire
2. Ce RAPPORT comprend 4 feu	uilles, y compris la présente	feuille de couverture.	
été modifiées et qui serve	nt de base au présent rappo	rt ou de feuilles cont	es revendications ou des dessins qui ont enant des rectifications faites auprès de 70.16 et l'instruction 607 des Instructions
Ces annexes comprennent fe	uilles.		
3. Le présent rapport contient de	s indications relatives aux p	oints suivants:	
Ⅰ ⊠ Base du rapport			
II 🗆 Priorité			
III Absence de formu d'application indus	lation d'opinion quant à la ne strielle	ouveauté, l'activité in	ventive et la possibilité
IV 🗆 Absence d'unité d	e l'invention		
V 🖾 Déclaration motive d'application indus	ée selon l'article 35(2) quant strielle; citations et explicatio	à la nouveauté, l'acti ns à l'appui de cette	vité inventive et la possibilité déclaration
Vi 🔲 Certains documen			
VII 🗆 Irrégularités dans	la demande internationale		
VIII Observations related	tives à la demande internation	onale	
		T	
Date de présentation de la demande d'é internationale	examen préliminaire	Date d'achèvement d	u présent rapport
27/12/2000		10.08.2001	
Nom et adresse postale de l'administrat l'examen préliminaire international:	ion chargée de	Fonctionnaire autorise	S SONES MIENIEW,
Office européen des breve NL-2280 HV Rijswijk - Pay Tél. +31 70 340 - 2040 Tx		Bernardo Noriega	a, F
Fax: +31 70 340 - 3016		N° de téléphone +31	70 340 2581

				¥
·				

I. Base du rapport

1. En ce qui concerne les éléments de la demande internationale (les feuilles de remplacement qui ont été remises à l'office récepteur en réponse à une invitation faite conformément à l'article 14 sont considérées dans le présent rapport comme "initialement déposées" et ne sont pas jointes en annexe au rapport puisqu'elles ne contiennent pas de modifications (règles 70.16 et 70.17)):
Description, pages:

	Des	cription, pages:	
	1-20	•	version initiale
	Rev	endications, N°:	
	1-9	,	version initiale
2.	lui o	e qui concerne la la nt été remis dans la née sous ce point.	angue, tous les éléments indiqués ci-dessus étaient à la disposition de l'administration ou la langue dans laquelle la demande internationale a été déposée, sauf indication contraire
	Ces	éléments étaient à	la disposition de l'administration ou lui ont été remis dans la langue suivante: , qui est :
		la langue d'une tra	duction remise aux fins de la recherche internationale (selon la règle 23.1(b)).
		la langue de public	ation de la demande internationale (selon la règle 48.3(b)).
		•	duction remise aux fins de l'examen préliminaire internationale (selon la règle 55.2 ou
3.	inte	ce qui concerne les rnationale (le cas éd uences :	séquences de nucléotides ou d'acide aminés divulguées dans la demande chéant), l'examen préliminaire internationale a été effectué sur la base du listage des
		contenu dans la de	emande internationale, sous forme écrite.
		déposé avec la de	mande internationale, sous forme déchiffrable par ordinateur.
		remis ultérieureme	ent à l'administration, sous forme écrite.
		remis ultérieureme	ent à l'administration, sous forme déchiffrable par ordinateur.
		La déclaration, sele de la divulgation fa	on laquelle le listage des séquences par écrit et fourni ultérieurement ne va pas au-delà aite dans la demande telle que déposée, a été fournie.
		La déclaration, sel celles du listages d	on laquelle les informations enregistrées sous déchiffrable par ordinateur sont identiques à des séquences Présenté par écrit, a été fournie.
4.	Les	modifications ont e	entraîné l'annulation :
		de la description,	pages:
		des revendications	s, n ^{os} :
		des dessins,	feuilles:

		-

5. 🗆	Le présent rapport a été formulé abstraction faite (de certaines) des modifications, qui ont été considérées
	comme allant au-delà de l'exposé de l'invention tel qu'il a été déposé, comme il est indiqué ci-après (règle
	70.2(c)):

(Toute feuille de remplacement comportant des modifications de cette nature doit être indiquée au point 1 et annexée au présent rapport)

- 6. Observations complémentaires, le cas échéant :
- V. Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration
- 1. Déclaration

Nouveauté Oui: Revendications 1-9

Non: Revendications

Activité inventive Oui : Revendications 1-9

Non: Revendications

Possibilité d'application industrielle Oui : Revendications 1-9

Non: Revendications

2. Citations et explications voir feuille séparée

· •

Concernant le point V

Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventiv et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration

D1: DATABASE WPI Section Ch, Week 199340 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A11, AN 1993-318011 XP002130349 & JP 05 230792 A (SANWA KOSAN KK), 7 septembre 1993 (1993-09-07)

D2: EP282 415

Nouveauté

Le document D1 décrit un mélange d'amidon cationique et anionique pour le traitement du papier. L'amidon anionique proposé contient des groupes phosphate ou urée-sulphamine.

Le document D2 décrit un procédé de fabrication du papier avec l'addition séparée d'un amido cationique et d'un amidon anionique, de préférence sulfoné.

Aucun des documents cités décrit une composition comprenant au moins une matière amylacée cationique et au moins une matière amylacée sulfonée, l'objet des revendications 1-7 (composition) et 8, 9 (procédés utilisant cette composition) est donc nouveau.

Activité Inventive

Le problème que se propose de résoudre la présente invention est d'améliorer la fixation des amidons au sein d'une structure plane et de simplifier la préparation des amidons à utiliser.

La solution proposée est de sélectionner l'amidon anionique utilisé, en particulier un amidon sulfoné qui est combiné avec un amidon cationique. Ceci permet par rapport à D1 de simplifier le procédé de préparation du mélange, et par rapport à D2 de simplifier le procédé d'addition et d'améliorer la quantité d'amidon fixée.

Auncun des documents cités suggère la composition selon la revendication 1 ni ses avantages. L'objet des revendications 1-9 implique donc une activité inventive.

				J
	•			
,				
		<u>-</u>	 	

16 Translation

PATENT COOPERATION TREATY

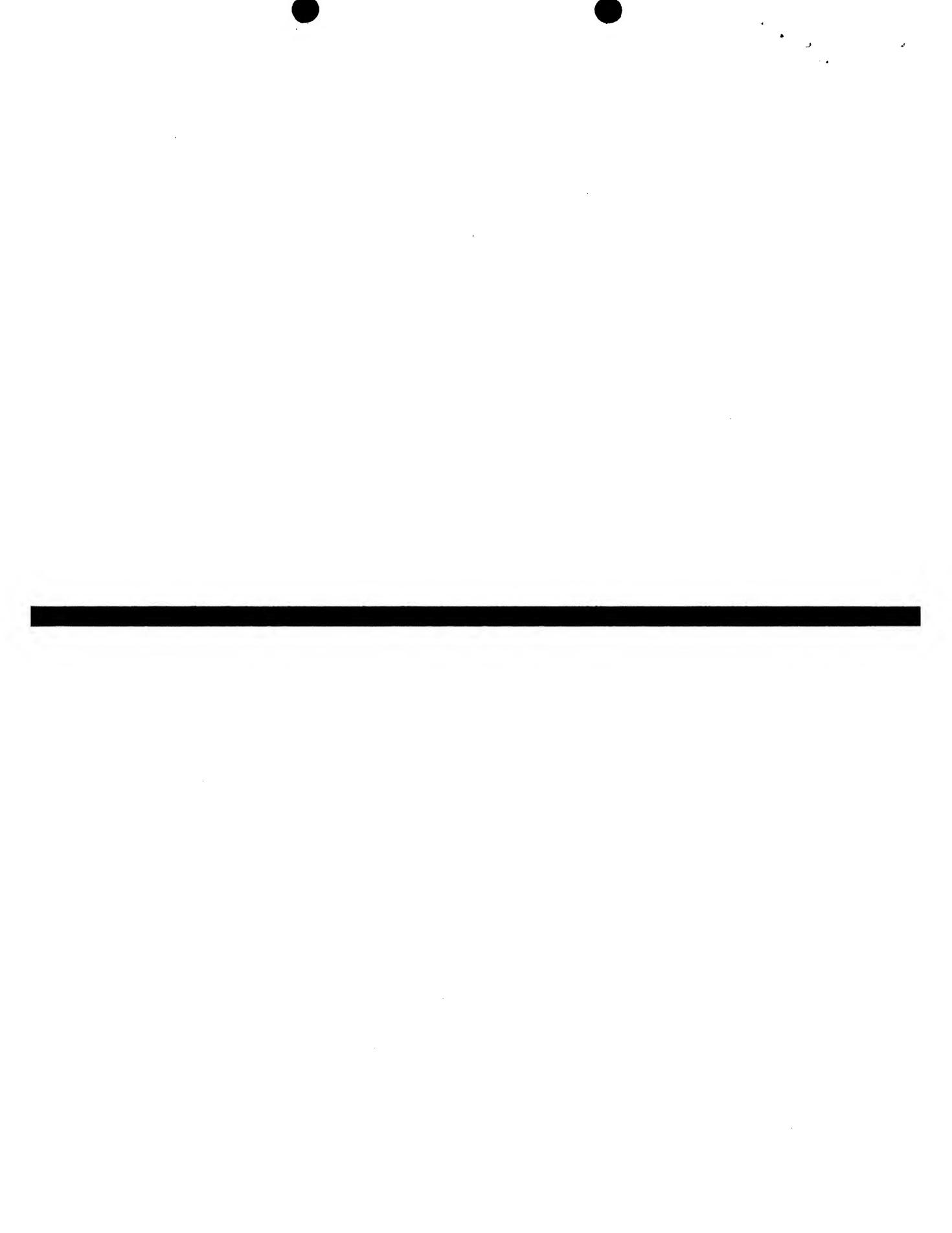
27

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference BCT000037/DBO	FOR FURTHER ACTION	ACTION SeeNotificationofTransmittalofInternational Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)				
International application No.	International filing date (day/n	nonth/year)	Priority date (day/month/year)			
PCT/FR00/01504	31 May 2000 (31.0	5.00)	04 June 1999 (04.06.99)			
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC D21H 17/28						
Applicant	ROQUETTE FRE	RES				
and is transmitted to the applicant accompanies. This REPORT consists of a total of This report is also accompanies amended and are the basis for 70.16 and Section 607 of the	ccording to Article 36. 4 sheets, including the sheets of the	ng this cover so the description	cheet. on, claims and/or drawings which have been stions made before this Authority (see Rule			
3. This report contains indications relating to the following items: I						
Date of submission of the demand	Date o	f completion (of this report			
27 December 2000 (27.		•	August 2001 (10.08.2001)			
Name and mailing address of the IPEA/EP	Author	rized officer				
Facsimile No.	Teleph	one No.	di d			

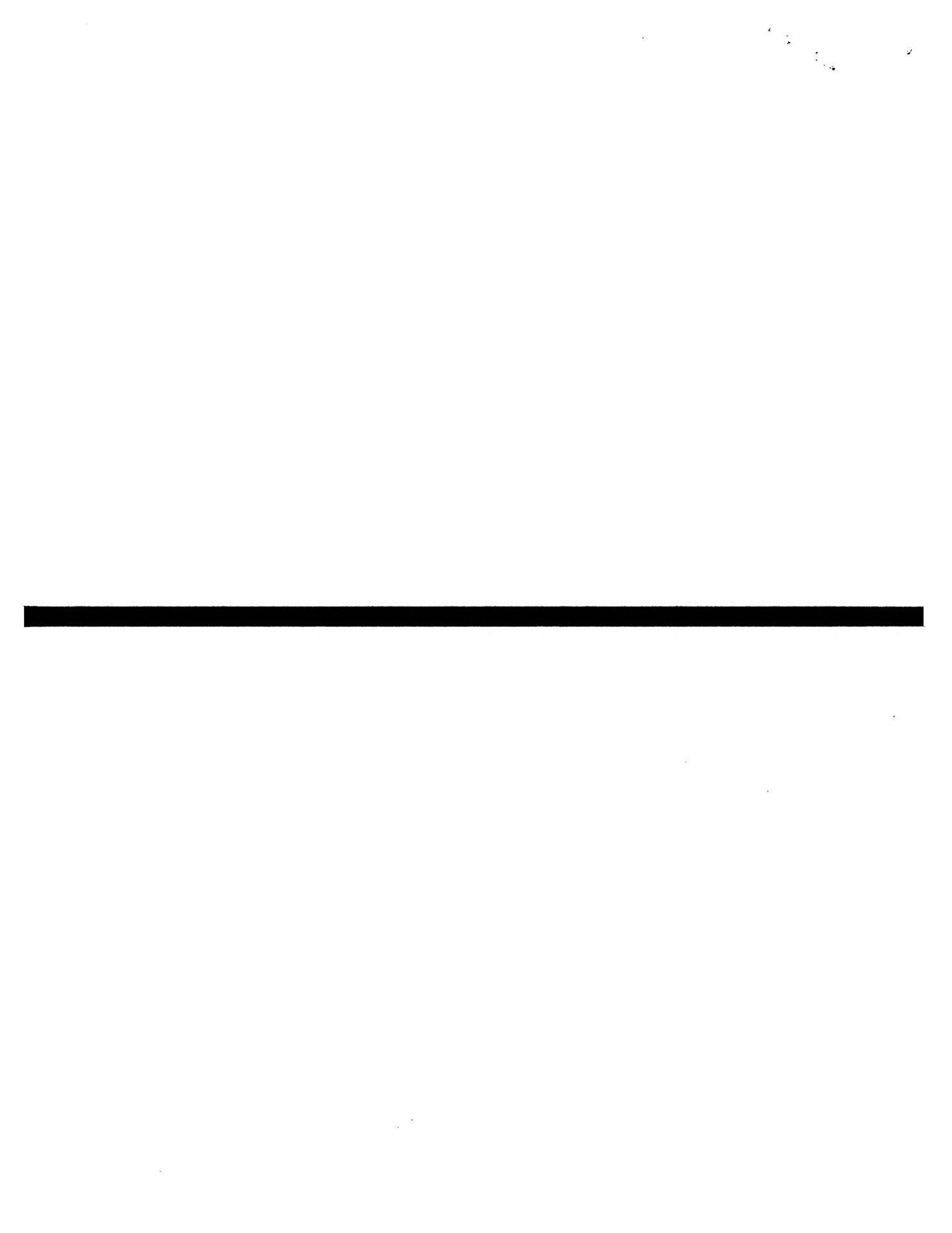


International application No.



PCT/FR00/01504

I. Basis of the report								
1. With regard to the elements of the international application:*								
		the international application as originally filed						
	\boxtimes	the description:						
		pages	as originally filed					
		pages, filed	i with the demand					
		pages, filed with the letter of	·					
	\boxtimes	the claims:						
		pages 1-9 ,	as originally filed					
		pages, as amended (together with any statemen	t under Article 19					
		pages, filed	with the demand					
		pages, filed with the letter of						
		the drawings:						
		pages,	as originally filed					
		pages, filed	with the demand					
		pages, filed with the letter of						
		the sequence listing part of the description:						
		pages,	as originally filed					
		pages, filed						
		pages, filed with the letter of						
2.	the i	regard to the language, all the elements marked above were available or furnished to this Authority in the international application was filed, unless otherwise indicated under this item. se elements were available or furnished to this Authority in the following language the language of a translation furnished for the purposes of international search (under Rule 23.1(b)). the language of publication of the international application (under Rule 48.3(b)).	language in which which is:					
	H	the language of publication of the international application (under Rule 48.3(0)). the language of the translation furnished for the purposes of international preliminary examination (und	er Dule 55 2 and/					
		or 55.3).						
3.		h regard to any nucleotide and/or amino acid sequence disclosed in the international application, iminary examination was carried out on the basis of the sequence listing:	the international					
		contained in the international application in written form.						
		filed together with the international application in computer readable form.						
	\vdash	furnished subsequently to this Authority in written form.						
		furnished subsequently to this Authority in computer readable form.						
		The statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the international application as filed has been furnished.	disclosure in the					
		The statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written see been furnished.	quence listing has					
4.		The amendments have resulted in the cancellation of:						
		the description, pages						
		the claims, Nos.						
		the drawings, sheets/fig						
5.		This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).**	considered to go					
	in th	acement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article his report as "originally filed" and are not annexed to this report since they do not contain amendm 70.17).						
		replacement sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this report.						
	-							



INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.
PCT/FR 00/01504

V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

1.	Statement			
	Novelty (N)	Claims	1-9	YES
:		Claims		NO
	Inventive step (IS)	Claims	1-9	YES
		Claims		NO NO
	Industrial applicability (IA)	Claims	1-9	YES
		Claims		NO

2. Citations and explanations

D1: DATABASE WPI Section Ch, Week 199340 Derwent
Publications Ltd., London, GB; Class All, AN 1993318011 XP002130349 & JP 05 230792 A (SANWA KOSAN
KK), 7 September 1993 (1993-09-07)

D2: EP 282 415

Novelty

Document D1 describes a mixture of cationic and anionic starch for treating paper. The anionic starch proposed contains phosphate or urea-sulphamine groups.

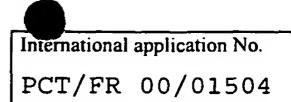
Document D2 describes a method for producing paper in which a cationic starch and an anionic starch, preferably sulphonated, are added separately.

None of the cited documents describes a composition including at least one starchy cationic substance and at least one starchy sulphonated substance. The subject matter of Claims 1-7 (composition) and 8 and 9 (methods using said composition) is therefore novel.

Inventive step

The problem that the present invention is intended to solve is that of improving the fixation of the starches in

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT



a planar structure, and simplifying the preparation of the starches to be used.

The solution proposed involves selecting the anionic starch used, specifically a sulphonated starch that is combined with a cationic starch. The method for preparing the mixture is thereby simplified with respect to D1, and the method for adding and improving the amount of fixed starch is simplified with respect to D2.

None of the cited documents suggests the composition according to Claim 1 or the advantages thereof. The subject matter of Claims 1-9 therefore involves an inventive step.



(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle

Bureau international



(43) Date de la publication internationale 14 décembre 2000 (14.12.2000)

PCT

(10) Numéro de publication internationale WO 00/75425 A1

(51) Classification internationale des brevets⁷: **D21H 17/28**, 17/29, C08L 3/08

(21) Numéro de la demande internationale:

PCT/FR00/01504

(22) Date de dépôt international: 31 mai 2000 (31.05.2000)

(25) Langue de dépôt:

français

(26) Langue de publication:

français

(30) Données relatives à la priorité: 99/07086 FR 4 juin 1999 (04.06.1999)

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US): ROQUETTE FRERES [FR/FR]; F-62136 Lestrem (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement): LOK-IETEK, Bruno [FR/FR]; 1, rue Lamartine, F-62670 Mazingarbe (FR). LEFER, Pierre [FR/FR]; 76 bis, route d'Hazebrouck, F-59660 Merville (FR). DONDEYNE,

Marcel [FR/FR]; 29, rue des Planquettes, F-62232 Hinges (FR). MERLE DU BOURG, Régis [FR/FR]; 2, place Massenet, F-59110 La Madeleine (FR). LADRET, Marika [FR/FR]; 2, rue de la Chapelle, F-59840 Lompret **(FR)**.

(74) Mandataires: BOULINGUIEZ, Didier etc.; Cabinet Plasseraud, 84, rue d'Amsterdam, F-75440 Paris Cedex 09 (FR).

(81) États désignés (national): CA, PL, SK, US.

(84) États désignés (régional): brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).

Publiée:

Avec rapport de recherche internationale.

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

(54) Title: COMPOSITION AND METHOD FOR THE PRODUCTION OF PLANAR STRUCTURES, ESPECIALLY STRUC-TURES MADE OF PAPER OR CARDBOARD

(54) Titre: COMPOSITION ET PROCEDE POUR LA FABRICATION DE STRUCTURES PLANES, EN PARTICULIER DU PAPIER OU DU CARTON

(57) Abstract: The invention relates to a novel composition for the production of planar structures, whereby said composition is based on a cationic amylaceous material and a sulphonated amylaceous material such as sulphocarboxylate. The composition can exist in the form of a pulverulent solid mixture or an aqueous suspension in which both amylaceous materials take the form f granules which are swollen or unswollen. Said composition can also exist in the form of an adhesive which can or cannot contain granular structures which are swollen or unswollen and/or complexes which associate both amylaceous materials. Said complexes flocculate and precipitate generally during the solubilization stage which can advantageously consist of a continuous or discontinuous curing stage. The use of said compositions and flocculated/precipitated complexes that they can contain allows planar structures, especially structures made of paper, cardboard or films, to be provided with physical characteristics that meet the needs of current usage in every way. Said compositions can be introduced into a fibrous mass either on one occasion or on a number of occasions at a rate of 2-12 wt. % (sec/sec) for internal treatment of paper.

(57) Abrégé: La présente invention concerne une nouvelle composition destinée à la fabrication de structures planes, à base d'une matière amylacée cationique et d'une matière amylacée sulfonée, par exemple sulfocarboxylée. La composition peut se présenter sous la forme d'un mélange solide pulvérulent ou d'une suspension aqueuse dans lesquels les deux matières amylacées se présentent à l'état granulaire, gonflé ou non. Elle peut également se présenter sous la forme d'une colle pouvant ou non contenir des structures granulaires, gonflées ou non et/ou des complexes associant les deux matières amylacées. Ces complexes floculent et précipitent généralement lors de l'étape de solubilisation qui peut avantageusement consister en une étape de cuisson continue ou discontinue. L'application des compositions revendiquées et des complexes floculés/précipités qu'elles peuvent contenir permet de conférer aux structures planes, en particulier au papier, carton ou films, des caractéristiques physiques répondant parfaitement aux exigences de la pratique actuelle. En vue du traitement interne du papier ces compositions peuvent notamment être introduites dans la masse fibreuse, en une ou plusieurs fois, à raison de 2 à 12 % en poids (sec/sec).

1

		•

PCT/FR00/01504 WO 00/75425

5

15

20

25

30

COMPOSITION ET PROCEDE POUR LA FABRICATION DE STRUCTURES PLANES, EN PARTICULIER DU PAPIER OU DU CARTON

L'invention a pour objet une nouvelle composition pour la fabrication de structures planes, les termes " structures planes " désignant dans ce qui suit toute structure, déjà plane ou devant être aplanie, fibreuse ou non fibreuse, de composition, caractéristiques (résistance, souplesse,...), dimensions et épaisseur variables. 10

Cette définition inclut les structures planes, en particulier les feuilles, à base de fibres cellulosiques, recyclées ou non - matière première la plus fréquemment utilisée dans l'industrie du papier et du carton - mais également à base, entre autres :

- de fibres naturelles autres que les fibres cellulosiques telles que certaines fibres textile,
- de fibres synthétiques telles que les fibres de polyamides, de polyesters et de résines polyacryliques,
- de fibres minérales telles que les fibres d'amiante, de céramique et de verre,
 - de toutes combinaisons des fibres précitées.

La composition selon l'invention est applicable, entre autres, aux papiers et cartons pour l'emballage et le conditionnement, par exemple aux papiers cannelure et couverture pour ondulé, au carton ondulé et aux papiers souples de type kraft, ainsi qu'aux papiers à usage graphique.

Elle est également applicable à des structures planes généralement plus épaisses que des feuilles telles que des plaques ou lattes à base de bois, de carton, de papier et/ou de fibres minérales ou des films à base de matières synthétiques comme le polyéthylène ainsi que des nappes de fils d'origine naturelle ou synthétique.

La présente invention vise également un nouveau 35 procédé de fabrication de structures planes, en particulier

2

du papier ou du carton, mettant en oeuvre ladite composition.

Le terme "fabrication "doit ici être entendu comme comprenant aussi bien tout traitement interne ou "en masse "selon lequel ladite composition, sous forme de colle ou non, est répartie totalement ou majoritairement dans la masse constitutive de la structure plane résultante, que tout traitement externe, en particulier tout surfaçage, encollage, contrecollage, couchage ou enduction, selon lequel ladite composition, sous forme de colle ou non, est totalement ou majoritairement appliquée ou retenue sur l'une, au moins, des deux faces de la structure plane résultante.

Le traitement interne et/ou externe peut par ailleurs 15 résulter de :

> - l'utilisation "en masse" de la structure plane par mise en œuvre, simultanée ou non, d'une part de ladite composition sous forme de colle et d'autre

qu'une colle, ou

5

10

25

30

35

- l'utilisation de ladite composition en surfaçage des papiers à usage graphique tels que ceux destinés à l'impression écriture,
- la floculation de fibres, par exemple de céramique, au sein et/ou en surface de la structure plane suite à la mise en œuvre de ladite composition, ou
- la pulvérisation de ladite composition en surface de la structure plane, celle-ci pouvant ensuite être mise en contact avec au moins une autre structure plane en vue de préparer une structure multicouches, ou
- l'utilisation de ladite composition pour stabiliser des émulsions d'agents de collage, par exemple à base de produits connus sous les abréviations de "ASA " ou "AKD ", ou

5

10

15

20

25

30

35

3

- l'utilisation de ladite composition pour préparer des adhésifs pour carton ondulé.

Dans le domaine papetier, les besoins de rentabilité économique font que l'on assiste de plus en plus à :

- l'utilisation de pâtes issues de fibres cellulosiques de récupération ("FCR") et à la détérioration de la qualité de ces FCR en raison du nombre toujours croissant de recyclages de "vieux papiers", et

- la fermeture systématique des circuits et donc à l'enrichissement des eaux de fabrication en matières en suspension ou solubles, organiques et minérales, et notamment en espèces anioniques, communément appelées "anionic trash" qui perturbent la fixation de l'amidon cationique sur la fibre.

Ces phénomènes se traduisent par une baisse inéluctable de l'efficacité des amidons, notamment cationiques, et de la solidité des papiers ainsi que par une augmentation quasi-systématique des besoins d'épuration des eaux d'égouttage des machines à papier ou " eaux sous toile ".

Pour pallier ces problèmes, il a été préconisé de faire appel à des amidons amphotères, à savoir contenant à la fois des groupements cationiques et anioniques comme décrit dans les brevets FR 2.289.674 ou EP 257.338. Cependant, la complexité et le coût de préparation de ces amidons, leurs performances insuffisantes et/ou leurs potentialités d'application limitées, en réduisent l'intérêt industriel.

Il a également été exploité des techniques dites "duales " par lesquelles on introduit successivement, dans un ordre quelconque, un polymère cationique et un composé anionique d'origine minérale ou organique. Une telle technique mettant en œuvre de manière obligatoirement séparée un amidon cationique et un amidon anionique est

30

35

notamment décrite dans le brevet EP 282.415 au nom de la Demanderesse. Ce procédé permet une bonne fixation des amidons mais a pour principal inconvénient d'imposer en pratique l'installation de deux unités de cuisson, l'une pour solubiliser l'amidon cationique, l'autre pour solubiliser l'amidon anionique. En outre, la quantité totale d'amidons fixés à la cellulose n'est pas toujours suffisante pour conférer au papier les caractérizaiques physiques souhaitées.

Par ailleurs, la technique duale utilisant un dérivé silicique comme composant anionique (brevet EP 41.056) a dû être perfectionnée au cours du temps en vue de répondre aux exigences (techniques, économiques et/ou réglementaires) toujours plus pressantes auxquelles sont confrontées les papeteries. Ces perfectionnements, décrits par exemple dans les brevets EP 349.366 et EP 490.425, améliorent généralement la rétention des charges et des fibres. Ils sont cependant complexes et ne permettent pas toujours

20 physiques du papier, notamment lorsque celui-ci a été fabriqué dans des conditions difficiles (taux élevé de FCR et/ou circuit très fermé).

C'est pourquoi on applique généralement un traitement de surface à l'une au moins des deux faces d'un tel papier, en vue d'accroître la proportion d'amidon, natif ou modifié, entrant dans la constitution du produit fini.

Cependant, cette opération de surfaçage entraîne un surcoût lié à l'équipement et à l'opération supplémentaire de séchage qu'il induit ainsi qu'une diminution très importante (généralement 15 à 25 %) de la vitesse des machines et donc de leur productivité.

Récemment, il a été proposé par le brevet JP 08296193-A de mettre en œuvre au sein de la suspension fibreuse un "complexe polyionique d'amidon amphotère ". Ce procédé permettrait de préparer des cartons offrant des propriétés améliorées de désagrégation et d'aptitude au

5

10

15

20

25

30

35

5

contrecollage et ce, sans nuire à la bonne marche des machines à papier. Il apparaît cependant que pour obtenir complexes dispersibles et uniformes, véritablement efficaces 1) le pH de la suspension aqueuse d'amidons cationique et anionique doit obligatoirement être ajusté entre pH 3 et 6, de préférence entre pH 4 et 5 par ajoût d'acide minéral ou organique et 2) la suspension obligatoirement acidifiée ainsi obtenue doit être gélatinisée sur un cuiseur fonctionnant en continu. Pour éviter ou diminuer les propriétés floculantes du complexe, est également conseillé de limiter le degré de substitution (" DS ") de l'amidon anionique à une valeur au plus égale à 0,05.

En suite de quoi, le procédé préconisé est compliqué de mise en œuvre, notamment en vue d'obtenir les complexes souhaités.

Il a désormais été trouvé qu'il était possible d'améliorer la performance d'un tel procédé et ce, tout en le rendant plus simple et, en particulier, sans rendre obligatoire l'étape précitée d'ajustement du pH de la suspension d'amidons, avant cuisson.

La Société Demanderesse a notamment constaté qu'en sélectionnant soigneusement la nature de la matière amylacée anionique utilisée dans un tel procédé, il était possible d'améliorer encore la fixation des amidons et/ou la rétention des fibres et charges au sein de la structure plane résultante ainsi que les caractéristiques physiques de cette structure. Ceci, sans devoir impérativement mettre en œuvre les conditions de pH et de cuisson rendues nécessaires par les enseignements du brevet JP 08296193-A précité.

De manière plus précise, la présente invention a pour objet une nouvelle composition pour la fabrication de structures planes, caractérisée par le fait qu'elle contient au moins une matière amylacée cationique et au moins une matière amylacée sulfonée.

6

" matière amylacée " au sens de la présente invention, on entend notamment les amidons, d'origine naturelle ou hybride, y compris ceux issus de mutations ou manipulations génétiques. Ces amidons natifs peuvent notamment être issus de pomme de terre, de pomme de terre à 5 haute teneur en amylopectine (pomme de terre waxy), de maïs, de blé, de maïs à haute teneur en amylose, de riz, de pois ou de manioc, des coupes ou fractions qui peuvent être faites ou obtenues telles que l'amylose, l'amylopectine, les coupes granulométriques connues de l'homme de l'art 10 sous les vocables d'amidon de blé " A " et amidon de blé " B", et les mélanges quelconques d'au moins deux quelconques des produits susmentionnés, par exemple un mélange d'amidon de maïs et de fécule de pomme de terre. Les matières amylacées peuvent également consister en des 15 farines autres mélanges contenant ou amidon(s) protéïne(s) végétale(s), le composant "amidon(s) " étant majoritaire.

particulier, les amidons susdécrits qui ont subi l'une au moins des opérations de fluidification, notamment chimique et/ou enzymatique, de prégélatinisation ou de solubilisation, notamment thermique et/ou chimique. Ainsi toute matière amylacée, fluidifiée ou non, contenue dans la composition selon l'invention peut se trouver à l'état granulaire non gonflé (amidon cru), à l'état granulaire à différents stades de gonflement (amidon prégélatinisé) et/ou à l'état solubilisé.

1'invention peuvent avoir été obtenues par n'importe lequel des procédés connus de cationisation en milieu aqueux, en milieu solvant ou en phase sèche dès lors que ce procédé permet à un ou plusieurs groupement(s) azoté(s) de nature électropositive de se fixer sur une matière amylacée. Ces groupements azotés peuvent notamment renfermer un atome d'azote tertiaire ou quaternaire. Le taux d'azote fixé

10

30

35

présenté par ces matières amylacées cationiques peut se situer dans une large gamme, en particulier entre 0,1 et 3 % environ. Selon une variante de l'invention, ce taux d'azote fixé et au moins égal à 0,5 %, de préférence compris entre 0,6 et 2 %, ces pourcentages étant exprimés en poids d'azote par rapport au poids sec de la matière amylacée cationique.

Les matières amylacées anioniques sélectionnées selon l'invention peuvent avoir été obtenues par n'importe lequel des procédés connus, en une ou plusieurs étapes, de sulfonation et notamment de préparation d'amidons sulfocarboxylés, sulfoalcoylés ou sulfoalcénylés.

De tels procédés sont décrits dans les brevets US 2,825,727, US 4,379,919 et US 4,387,221.

La partie carboxylique du groupement sulfocarboxylé fixé, en un ou plusieurs endroits, sur la matière amylacée peut avoir été générée par mise en œuvre de l'un quelconque des anhydrides, saturés ou insaturés, décrits dans ces brevets ou dans les brevets précédents US 2,461,139 ou US 2,668,156. A titre d'exemples, il peut s'agir des anhydrides acétique, propionique, butyrique, succinique, maléïque, phtalique, glutarique, itaconique, citraconique, adipique, azélaïque, crotonique ou méthacrylique.

La partie sulfonée du groupement peut notamment avoir 25 été générée par mise en œuvre d'un bisulfite, par exemple de sodium, potassium ou ammonium.

Par ailleurs, le groupement sulfoné peut avoir été généré en une seule étape par mise en œuvre, en particulier, soit d'un acide sulfonique soit d'un anhydride sulfocarboxylique comme décrit dans les brevets US 2,825,727, US 4,379,919 et US 4,387,221 précités.

Un groupement sulfocarboxylé peut notamment porter également un groupement alcoyle ou alcényle (brevet US 4,387,221) ou un second groupement sulfoné (brevet US 4,379,919).

10

15

25

30

35

De manière avantageuse, la matière amylacée sulfonée contenue dans la composition selon l'invention est choisie parmi les amidons monosulfocarboxylés et disulfocarboxylés.

La Société Demanderesse a trouvé qu'un tel amidon, par exemple un monosulfosuccinate d'amidon, associé en mélange avec un amidon cationique, permettait d'atteindre des performances papetières supérieures à celles observées, dans les mêmes conditions, avec d'autres amidons anioniques tels qu'un amidon carboxylé non sulfoné ou un amidon phosphaté.

Le DS en groupements sulfonés de la matière amylacée sulfonée peut être compris dans une très large gamme de valeurs, par exemple entre 0,005 et 0,5 environ, en particulier entre 0,01 et 0,3. On peut, par exemple, utiliser un monosulfocarboxylate d'amidon présentant un DS compris entre 0,02 et 0,2.

Selon une autre variante, la composition selon l'invention présente un ratio pondéral entre matière(s)

amylacée(s) sulfonée(s) d'autre part (sec/sec), compris entre 10/1 et 1/10, de préférence compris entre 10/1 et 1/5, et plus préférentiellement encore entre 5/1 et 1/4. Ce ratio peut, par exemple, se situer entre 3/1 et 1/3.

La composition selon l'invention peut être exclusivement constituée d'au moins une matière amylacée cationique et d'au moins une matière amylacée sulfonée.

Elle peut contenir de l'eau autre que l'eau naturellement présente dans toute matière amylacée et/ou au moins un autre composant, de préférence choisi parmi les agents de collage, les composés siliciques, les composés d'aluminium, les agents alcalins, les agents de rhéologie, les agents tensio-actifs et les agents bactéricides.

La composition selon l'invention peut se présenter sous la forme d'un mélange solide, de préférence pulvérulent, contenant au moins une matière amylacée

9

cationique granulaire et au moins une matière amylacée sulfonée granulaire.

Selon une variante, ces matières amylacées granulaires se présentent chacune sous la forme exclusive ou majoritaire de granules à l'état cru, i.e non gonflés.

5

10

15

25

30

35

Selon une autre variante, l'une au moins de ces matières amylacées granulaires se présente sous la forme exclusive ou majoritaire de granules prégélatinisés, i.e présentant un ou plusieurs stades de gonflement.

Les mélanges solides précités peuvent être utilisés en l'état pour certaines applications. Cependant, dans la majorité des cas et en particulier lorsque chacune des matières amylacées se trouve à l'état cru, ces mélanges sont mis en suspension dans un liquide, de préférence de l'eau, en vue de préparer des suspensions ou "laits" présentant une matière sèche (" MS ") variable selon les ultérieurs applications finales traitements et envisagé(e)s. La MS peut être inférieure à 15 % lorsque le lait est destiné à être cuit puis utilisé en traitement interne du papier ou en pulvérisation. Dans ce dernier cas, supérieures ou égales à 15 % sont également des MS envisageables. La MS peut être (beaucoup) plus élevée (de l'ordre de 20 %, voire 44 %) lorsque le lait est destiné à la préparation d'adhésifs pour carton ondulé.

Les suspensions susdécrites peuvent également résulter du mélange, entre autres, d'un lait d'amidon cationique et d'un lait d'amidon sulfoné.

En suite de quoi, la présente invention a notamment pour objet une composition pour la fabrication de surfaces planes, caractérisée en ce qu'elle se présente sous la forme d'un mélange solide, de préférence pulvérulent, ou d'une suspension, de préférence aqueuse, contenant au moins une matière amylacée cationique granulaire et au moins une matière amylacée sulfonée granulaire.

De telles formes liquides ou solides peuvent ensuite subir, directement ou non, au moins un traitement apte à

10

15

30

35

gélatiniser ou solubiliser, en tout ou partie, les matières amylacées qu'elles contiennent. Il peut s'agir en particulier d'un traitement de cuisson qui, à l'inverse des enseignements du brevet JP 08296193-A précité, peut être réalisé aussi bien sur un cuiseur discontinu, par exemple de type " cuve ouverte ", que sur un cuiseur de type " jet-cooker " fonctionnant en continu.

La solubilisation ou gélatinisation au moins partielle des matières amylacées peut également associer un traitement thermique à un traitement chimique, par exemple une alcalinisation du milieu par la soude caustique.

Les compositions résultantes se présentent sous forme de solutions ou " colles " amylacées, lesquelles peuvent ou non encore contenir, y compris de façon majoritaire, des granulaires d'amidon stade structures cru ou un de gonflement. telles quelconque colles De sont préférentiellement aqueuses et peuvent présenter une MS très variable. Celle-ci peut être inférieure ou égale à 10 % par exemple de l'erdre de 0.5 à 5.0

20 est destinée au traitement interne du papier ou de l'ordre de 6 à 10 % quand elle est destinée au surfaçage simple, i.e en l'absence de charges ou pigments. Elle peut être largement supérieure à 10 %, y compris se situer entre 20 et 60 %, pour des applications particulières en surfaçage 25 ou pour le carton ondulé.

Les colles susdécrites peuvent également résulter du mélange, entre autres, d'une colle de matière amylacée cationique et d'une colle de matière amylacée sulfonée.

On préfère cependant que ces deux matières amylacées soient mises en présence l'une de l'autre au plus tard lors de l'opération de solubilisation permettant la préparation de la colle, de préférence avant ladite opération.

La Société Demanderesse a notamment observé que la présence puis la cuisson simultanées des deux matières amylacées au sein d'une même composition donnait généralement lieu à la formation puis à la floculation et

11

la précipitation, au moins partielle, de structures insolubles pouvant être considérées comme des complexes associant ces deux matières.

Les complexes floculés/précipités peuvent être récupérés et éventuellement séchés, et constituer en tant que tels une composition selon l'invention.

De façon surprenante et inattendue et contrairement aux enseignements du brevet JP 08296193-A, il a été trouvé que :

- d'une part, la charge ionique et la solubilité de la colle floculée ne dépendaient pas ou dépendaient que dans une faible mesure du pH initial du lait soumis à cuisson ou du pH de la colle résultante, et
 - d'autre part, la présence d'importantes structures floculées et précipitées ne détériorait pas, voire améliorait, les performances de la colle résultante.

15

20

30

35

Selon une variante, la composition selon l'invention se présente donc sous la forme d'une colle, de préférence aqueuse, caractérisée en ce qu'elle contient des structures amylacées non solubilisées, en particulier des structures granulaires, gonflées ou non, et/ou des complexes associant la matière amylacée cationique et la matière amylacée sulfonée.

La Société Demanderesse a par ailleurs observé que l'efficacité d'une composition selon l'invention pouvait être améliorée dès lors que l'une au moins des matières amylacées cationique(s) et sulfonée(s) était constituée d'amidon de céréale, en particulier d'amidon de maïs.

Dans le cadre de l'invention, on peut faire appel avantageusement, par exemple, 1) à une association entre un sulfosuccinate d'amidon de maïs et soit une fécule de pomme de terre cationique soit un mélange cationique entre une fécule de pomme de terre et un amidon de maïs cationiques ou 2) à une association entre un sulfosuccinate de fécule de pomme de terre et soit un amidon de maïs cationique soit un mélange cationique tel que précité.

10

15

En suite de quoi, on dispose désormais d'un nouveau moyen, simple et efficace, de fabrication de structures planes, en particulier du papier, du carton ou de films, ce moyen étant apte à conférer auxdites structures des caractéristiques physiques répondant aux exigences de la pratique actuelle, voire dépassant ces exigences.

Ce moyen est particulièrement bien adapté, en particulier, au traitement interne de structures planes, notamment du papier et permet l'introduction avantageuse, en une ou plusieurs fois, de taux élevés de matières amylacées au sein de la masse constitutive desdites structures au cours de leur formation. Ces taux de mise en œuvre se situent préférentiellement entre 2 % et 12 % environ, ces pourcentages étant exprimés en poids sec total de matières amylacées cationique(s) et sulfonée(s) sur le poids sec de la masse constitutive de la structure. Cette mise en œuvre au sein du papier peut, comme indiqué, résulter de l'introduction, en une ou plusieurs fois, d'une

20 plusieurs points de la machine à papier.

La présente invention va être décrite de façon encore plus détaillée à l'aide des exemples qui suivent et qui ne sont aucunement limitatifs.

EXEMPLE 1 :

Dans le cadre de cet exemple, représentatif de conditions difficiles de préparation de papier (pâte à base de 100 % de vieux papiers), on étudie l'intérêt de compositions selon l'invention pour le traitement interne du papier, i.e comme additifs " de masse ".

L'une des compositions selon l'invention se présente initialement sous la forme d'un mélange solide pulvérulent constitué de 75 %, en poids, d'une fécule de pomme de terre cationique présentant un taux d'azote fixé de 0,6 % environ et de 25 %, en poids, d'une fécule de pomme de terre sulfosuccinylée d'un DS de 0,045 environ.

30

Ce mélange à l'état cru est mis en suspension dans de l'eau de sorte à obtenir un lait à 10 % de MS qui constitue également une composition conforme à l'invention.

Ce lait, qui contient des complexes associant les deux matières amylacées, est immédiatement traité thermiquement sur un appareil de cuisson en continu pendant 1 minute à 120°C. La colle obtenue, laquelle contient des complexes floculés et précipités, est diluée en ligne de telle sorte que sa MS finale est ajustée à 1 %.

La colle diluée résultante conforme à l'invention, ci-après désignée " COMPOSITION A ", est alors testée comme additif de masse au sein d'une pâte à base de vieux papiers présentant les caractéristiques suivantes :

concentration totale (g/l): 14 cendres (450°C) totales (g/l): 3,9

pH: 7,0

dureté (°TH) : 1000

conductivité (µs/cm) : 3500

20 résistivité (ohm.cm) : 280

charge ionique: 2,8 ml POLYDADMAC 0,001 N

solubles (g/1): 3,6

cendres (450°C) totales (g/l) : 2,4

DCO (mg/1) : 1300

amidon soluble (g/l): 0,7 aluminium soluble (mg/l): 1

Dans un premier essai (ESSAI A1), la COMPOSITION A est introduite à raison de 4 % de matières amylacées, exprimés en sec par rapport à la teneur en matières sèches de la pâte. Le temps de contact entre la COMPOSITION A et la pâte est de 5 minutes.

Dans, respectivement, un second essai (ESSAI A2) et un troisième essai (ESSAI A3), la COMPOSITION A est

15

introduite dans la pâte à raison, respectivement, de 6 et 8 %, le temps de contact étant maintenu à 5 minutes.

De la même façon on prépare puis on teste pour les trois taux d'introduction et le temps de contact susmentionnés, les colles suivantes :

- COMPOSITION B : colle non conforme à l'invention dans laquelle la fécule sulfosuccinylée telle qu'utilisée dans la COMPOSITION A est remplacée par un poids identique de fécule de pomme de terre succinylée (DS = 0,05) non sulfonée.

Cette COMPOSITION B est introduite dans la pâte à raison de 4 % (ESSAI B1), 6 % (ESSAI B2) ou 8 % (ESSAI B3),

- COMPOSITION C : colle non conforme à l'invention dans laquelle la matière amylacée anionique est une fécule de pomme de terre phosphatée. Cette colle est testée dans les ESSAIS C1, C2, et C3 en fonction de son taux d'introduction (respectivement 4, 6 et 8 %).
 - COMPOSITION D: colle conforme à l'invention,
- amylacée sulfonée est un amidon de maïs sulfosuccinylé (DS ≈ 0,045). Cette colle est testée dans les ESSAIS D1, D2 et D3 en fonction de son taux d'introduction (respectivement 4, 6 et 8 %).

Pour chacune des COMPOSITIONS A, B, C et D et pour chacun des taux d'introduction (4,6 et 8 %) on mesure les paramètres ci-après :

- taux de fixation d'amidons ou "RA " en %,
- taux de rétention totale ou " RT " en %,
- cohésion interne des feuilles obtenues (selon test 30 SCOTT-BOND) ou "CI " en joules/m² (J/m^2)

Les paramètres de rétention totale et de cohésion interne sont par ailleurs mesurés dans le cadre d'un essai témoin (ESSAI T) dans lequel aucune matière amylacée n'a été introduite.

On obtient les résultats suivants :

		RA (%)	RT (%)	CI(J/M²)
5	ESSAI T		87,9	155
	ESSAI A	1* 100	89,4	255
	ESSAI A	2* 94	87,9	331
	ESSAI A	3* 81	86,3	362
	ESSAI B	1 96	87,0	249
10	ESSAI B	2 77	85,3	324
	ESSAI B	3 69	83,2	355
	ESSAI C	1 92	87,1	251
	ESSAI C	2 69	85,2	263
	ESSAI C	3 63	83,4	323
15	ESSAI D	1* 100	89,0	246
	ESSAI D	2* 100	88,3	307
	ESSAI D	3* 97	84,8	379

^{*}essai conforme à l'invention

Ces résultats montrent globalement que les COMPOSITIONS A et D conformes à l'invention, i.e. contenant une matière amylacée sulfonée, en l'occurrence sulfocarboxylée, en association avec une matière amylacée cationique, sont plus performantes que des compositions dont la composante amylacée anionique n'est pas sulfonée, en particulier carboxylée (COMPOSITION B) ou phosphatée (COMPOSITION C).

Il est remarquable de noter que les avantages apportés par les compositions selon l'invention (amélioration des indices RA et RT et de la cohésion interne CI) se manifestent pour l'ensemble des taux d'introduction étudiés.

Ces compositions permettent d'atteindre et ce, même avec une pâte difficile (vieux papiers) et à des niveaux

15

d'introduction relativement importants (6 et 8 %), des taux đe fixation amidons en de rétention et remarquablement élevés. Ces compositions peuvent donc être utilisées avantageusement améliorer pour les caractéristiques physiques, en particulier la cohésion interne, des papiers obtenus et ce, sans risque de pertes importantes en matières amylacées et fibreuses au niveau des eaux sous toile.

10 EXEMPLE 2 :

Une colle selon l'invention (ci-après désignée COMPOSITION E) est préparée dans les mêmes conditions que celles décrites pour l'EXEMPLE 1 si ce n'est que 1) le mélange solide initial mis en lait puis solubilisé contient 50 %, en poids, d'un amidon de maïs sulfosuccinylé (DS ≈ 0,045) et 2) la MS de la colle est de 1,8 % au lieu de 1 %. Cette colle, fortement floculée, est testée sur une pâte à base entièrement de fibres cellulosiques de

une conductivité (> 800 μs/cm), une teneur en solubles (> 20g/l) et une DCO (> 30g/l) particulièrement élevées.

La COMPOSITION E est d'abord évaluée pour 4 niveaux d'introduction (4, 6, 8 et 10 % sec/sec) et 2 temps de contact (35 sec. et 5 min.) en vue de mesurer le taux de fixation en matières amylacées.

Les résultats obtenus sont remarquables car dans tous les cas on obtient un taux de fixation au moins égal à 90 %.

Pour un temps de contact long (5 min.), ce taux est notamment de 99 % pour un niveau d'introduction de 4 % et de 94 % pour un niveau d'introduction de 6 %. Pour un temps de contact court (35 sec.) ce taux est notamment de 95 % pour les niveaux d'introduction de 8 et 10 %.

La COMPOSITION E a ensuite été évaluée à 3 niveaux 35 d'introduction (4,6 et 8 %) et un temps de contact long

17

(5 min) en vue de mesurer la cohésion interne (indice SCOTT-BOND) ainsi que la résistance à l'éclatement (indice MULLEN selon norme ISO 2758) du papier résultant.

Les résultats obtenus ont montré, par rapport à un papier témoin non adjuvanté de colle amylacée :

- une augmentation de la cohésion interne de 40 % (taux d'introduction: 4 %) à 90 % (taux d'introduction: 8 %),
- une augmentation concomitante de la résistance à l'éclatement de 25 à 48 %.

15

20

25

30

35

Par ailleurs une étude de l'influence de la COMPOSITION E sur le taux de rétention totale a donné, dans le cas présent, des résultats égaux ou légèrement inférieurs à ceux observés avec une pâte non adjuvantée de colle amylacée. Ces résultats particuliers ont été jugés globalement satisfaisants compte-tenu en particulier de la nature de la pâte.

Ces résultats confirment l'intérêt des compositions selon l'invention comme moyen de traitement interne du papier, notamment en vue d'en améliorer les caractéristiques physiques. De telles compositions peuvent, en particulier, être efficacement utilisées dans des conditions difficiles (pâtes à 100 % de vieux papiers) et pour des taux d'usage relativement élevés, par exemple compris entre 4 et 10 %.

Il est ainsi possible d'envisager de supprimer, en tout ou partie, tout traitement de surfaçage éventuellement mis en œuvre dans la pratique antérieure pour atteindre les caractéristiques physiques du même ordre.

Une autre approche consiste à augmenter le taux de charges minérales du papier aux dépens du taux de fibres (matière première plus coûteuse que les charges) et à compenser la baisse résultante des caractéristiques physiques du papier par un apport supplémentaire

5

10

15

25

30

35

d'amidons, rendu possible par la mise en œuvre de la composition selon l'invention.

Des essais complémentaires mettant en œuvre une composition (COMPOSITION F ou G) selon l'invention composée de :

- 50%, en poids, d'une fécule de pomme de terre cationique présentant un taux d'azote fixé de 1,2% environ, et
- 50% en poids, soit a) d'une fécule de pomme de terre sulfosuccinylée d'un DS de 0,045 environ (COMPOSITION F), soit b) d'un amidon de maïs sulfosuccinylé d'un DS de 0,045 environ (COMPOSITION G), ont globalement confirmé les résultats et conclusions des essais décrits précédemment.

Par ailleurs, chacune des COMPOSITIONS F et G susmentionnées a été testées de la façon suivante :

- à raison de 2%, en poids, au sein de la masse

mise en œuvre sous forme de colle amylacée, puis,

- à raison de 2%, en poids, en surface de la feuille de papier formée mais non encore pressée/séchée et ce, par mise en œuvre sous forme d'un lait amylacé à 10% environ de MS, floculé, ledit lait étant pulvérisé sur la feuille au moyen d'une rampe de pulvérisation.

En outre, la COMPOSITION G a été testée de la façon suivante :

- à raison de 1,5%, en poids, en application "de masse" au niveau du cuvier de pâte épaisse et ce, sous la forme d'une colle, amylacée puis
- à raison encore de 1,5%, en poids, sous forme de lait amylacé floculé et non solubilisé, introduit dans le circuit de pâte diluée (en aval de l'épurateur sous pression).

19

Ces essais ont globalement confirmé les résultats et conclusions des essais décrits précédemment, notamment en termes d'amélioration très significative de la cohésion interne et de l'indice d'éclatement des papiers obtenus.

En outre, ces essais ont montré une amélioration également très significative (i.e. d'au moins 20%) des valeurs de "CMT 30" obtenues sur un papier pour ondulé de type couverture.

Il convient de rappeler que l'indice "CMT 30" est particulièrement adapté à l'évaluation d'un papier cannelure pour carton ondulé et notamment à la détermination de la résistance à la compression à plat d'un tel papier.

Et il est remarquable de noter que des améliorations d'indice "CMT 30" ont été obtenues sur un papier couverture alors que la machine à papier, en cette occasion, n'était pas réglée pour la fabrication d'un tel papier.

En suite de quoi, la mise en œuvre d'une composition selon l'invention permet d'envisager des gains de CMT d'au moins 20% et ce, pour tous types de papiers pour ondulé (couverture et cannelure).

Ceci est d'autant plus surprenant que, comme l'a constaté la Demanderesse, de tels gains ne nuisent pas aux autres caractéristiques de tels papiers (porosité, mouillabilité, ...) ni à la mise en œuvre ultérieure de tels papiers au niveau de la cartonnerie. Or de telles nuisances sont généralement rencontrées avec des papiers surfacés en "size press".

Cela confirme l'intérêt des compositions selon l'invention dans l'optique de la suppression, totale ou non, de dispositifs de type "size press".

20

25

30

5

EXEMPLE 3:

Dans le cadre de cet exemple, on étudie les propriétés émulsifiantes d'une composition (COMPOSITION H) selon l'invention constituée de :

- 90%, en poids (sec/sec) d'une fécule de pomme de terre cationique présentant un DS d'environ 0,04, et

- 10%, en poids (sec/sec) d'une fécule de pomme de terre sulfosuccinylée présentant un DS d'environ 0,045.

La COMPOSITION H est traitée sur un appareil de cuisson en continu dans les conditions suivantes :

- lait de COMPOSITION H à 10% de MS,
- température de cuisson : 120°C,
- durée de cuisson : 1 minute.

A partir de ce traitement, on prépare une colle à 6% de MS. A 100 g de ladite colle, contenant donc 6 g au total de matières amylacées, on ajoute 3 g de l'agent de

20 ("ASA").

5

10

25

La composition de collage obtenue, laquelle présente un rapport pondéral matières amylacées (poids sec) / agent de collage de 2/1, est ensuite soumise à un traitement important de cisaillement, à savoir une homogénéisation 5 minutes à 20.000 tours/minute.

L'émulsion ainsi obtenue est ensuite diluée, sans agitation, avec de l'eau de forage dans une fiole jaugée de 1 litre de façon à obtenir une émulsion de "FIBRAN 76" à 0,3% d'agent de collage.

Des observations menées périodiquement pendant une durée de 5 heures montrent que l'émulsion d'agent de collage ainsi obtenue reste parfaitement stable et homogène.

21

REVENDICATIONS

- 1. Composition pour la fabrication de structures planes, caractérisée en ce qu'elle contient au moins une matière amylacée cationique et au moins une matière amylacée sulfonée, celle-ci étant de préférence choisie dans le groupe comprenant les amidons sulfocarboxylés, les amidons sulfoalcoylés et les amidons sulfoalcénylés.
- 2. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que la matière amylacée est choisie parmi les amidons monosulfocarboxylés et disulfocarboxylés.
- 3. Composition selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisée en ce qu'elle présente un rapport pondéral entre matière(s) amylacée(s) cationique(s) d'une part et matière(s) amylacée(s) sulfonée(s) d'autre part, compris entre 10 / 1 et 1 / 10, de préférence entre 10 / 1 et 1 / 5 et encore plus préférentiellement entre 5 / 1 et 1 / 4.
- 4. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce qu'elle se présente sous la forme d'un mélange solide, de préférence 20 pulvérulent, ou d'une suspension, de préférence aqueuse, moins contenant au matière amylacée cationique une granulaire et au moins une matière amylacée sulfonée granulaire.
- 5. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce qu'elle se présente sous la forme d'une colle, de préférence aqueuse.
 - 6. Composition selon la revendication 5, caractérisée en ce qu'elle contient des structures amylacées non solubilisées, en particulier des structures granulaires, gonflées ou non, et/ou des complexes associant la matière amylacée cationique à la matière amylacée sulfonée.

30

7. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisée en ce que l'une au moins des matières amylacées est constituée d'amidon de céréale, en particulier d'amidon de maïs.

- 8. Procédé pour la fabrication de structures planes, en particulier du papier, du carton ou de films, caractérisé en ce que l'on met en œuvre une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 7.
- 9. Procédé pour le traitement interne de structures planes, en particulier du papier, caractérisé en ce que l'on met en œuvre au sein de la masse constitutive d'une telle structure et au cours de sa formation, en une ou plusieurs fois, une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, de préférence à raison d'une quantité de 2 à 12 %, exprimée en poids sec total de matières amylacées cationique(s) et sulfonée(s) sur le poids sec de la masse constitutive de ladite structure.

INTERNATIO

SEARCH REPORT

Im tional Application No PCT/FR 00/01504

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER C08L3/08 D21H17/29 IPC 7 D21H17/28 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC **B. FIELDS SEARCHED** Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) D21H C08L IPC 7 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) WPI Data, EPO-Internal, PAJ C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT Relevant to claim No. Category ° Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages 1,3-7DATABASE WPI Section Ch, Week 199340 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class All, AN 1993-318011 XP002130349 & JP 05 230792 A (SANWA KOSAN KK), 7 September 1993 (1993-09-07) abstract WO 99 02597 A (WULF STEFAN ; BENGS HOLGER 1,3,4,7, Α (DE); HOECHST RES & TECH GMBH & CO (DE)) 21 January 1999 (1999-01-21) the whole document EP 0 282 415 A (ROQUETTE FRERES) 1-9 14 September 1988 (1988-09-14) cited in the application the whole document Further documents are listed in the continuation of box C. Patent family members are listed in annex. Special categories of cited documents: "I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but "A" document defining the general state of the art which is not cited to understand the principle or theory underlying the considered to be of particular relevance invention "E" earlier document but published on or after the international "X" document of particular relevance; the claimed invention filing date cannot be considered novel or cannot be considered to "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or involve an inventive step when the document is taken alone which is cited to establish the publication date of another "Y" document of particular relevance; the claimed invention citation or other special reason (as specified) cannot be considered to involve an inventive step when the "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or document is combined with one or more other such docuother means ments, such combination being obvious to a person skilled in the art. document published prior to the international filing date but later than the priority date daimed "&" document member of the same patent family Date of the actual completion of the international search Date of mailing of the international search report 3 August 2000 10/08/2000 Name and mailing address of the ISA **Authorized officer** European Patent Office, P.B. 5818 Patentiaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tei. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo ni, Bernardo Noriega, F Fax: (+31-70) 340-3016

3

INTEL TIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Int Jonal Application No PCT/FR 00/01504

Patent document cited in search report		Publication dat		Patent family member(s)	Publication date
JP 5230792	Α	07-09-1993	NONE		
WO 9902597	A	21-01-1999	DE EP	19729305 A 0996673 A	14-01-1999 03-05-2000
EP 0282415	A	14-09-1988	FR AU AU CA DE DK ES FI GR JP NO PT US	2612213 A 63343 T 608577 B 1304088 A 1302020 A 3862661 D 135088 A 2022649 T 881107 A,B, 3001914 T 2667185 B 63264997 A 881107 A,B, 86961 A,B 5129989 A	16-09-1988 15-05-1991 11-04-1991 15-09-1988 02-06-1992 13-06-1991 14-09-1988 16-12-1999 14-09-1988 23-11-1992 27-10-1997 01-11-1988 14-09-1988 01-04-1988 14-07-1992

RAPPORT DE RECHERCIE INTERNATIONALE

Dt. .de Internationale No PCT/FR 00/01504

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE CIB 7 D21H17/28 D21H17/29 C08L3/08 Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB **B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE** Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) CIB 7 D21H C08L Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés) WPI Data, EPO-Internal, PAJ C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS Catégorie ° Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents no. des revendications visées DATABASE WPI 1,3-7Section Ch, Week 199340 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class All, AN 1993-318011 XP002130349 & JP 05 230792 A (SANWA KOSAN KK), 7 septembre 1993 (1993-09-07) abrégé WO 99 02597 A (WULF STEFAN ; BENGS HOLGER 1,3,4,7, (DE); HOECHST RES & TECH GMBH & CO (DE)) 21 janvier 1999 (1999-01-21) le document en entier EP 0 282 415 A (ROQUETTE FRERES) Α 1-9 14 septembre 1988 (1988-09-14) cité dans la demande le document en entier Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe ° Catégories spéciales de documents cités: "T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenenant pas à l'état de la "A" document définissant l'état général de la technique, non technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe considéré comme particulièrement pertinent ou la théorie constituant la base de l'invention "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international "X" document particulièrement pertinent; l'inven tion revendiquée ne peut ou après cette date être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de inventive par rapport au document considéré isolément priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une "Y" document particulièrement pertinent; l'inven tion revendiquée autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres une exposition ou tous autres moyens documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée "&" document qui fait partie de la même famille de brevets Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale 3 août 2000 10/08/2000 Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Fonctionnaire autorisé Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentiaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Bernardo Noriega, F Fax: (+31-70) 340-3016

RAPPORT DE RHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

De de Internationale No PCT/FR 00/01504

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication	
JP 5230792	792 A 07-09-1993			JN		
WO 9902597	A	21-01-1999	DE EP	19729305 A 0996673 A	14-01-1999 03-05-2000	
EP 0282415	A	14-09-1988	FR AU AU CA DE DK ES FI GR JP NO PT US	2612213 A 63343 T 608577 B 1304088 A 1302020 A 3862661 D 135088 A 2022649 T 881107 A,B, 3001914 T 2667185 B 63264997 A 881107 A,B, 86961 A,B, 5129989 A	16-09-1988 15-05-1991 11-04-1991 15-09-1988 02-06-1992 13-06-1991 14-09-1988 16-12-1999 14-09-1988 23-11-1992 27-10-1997 01-11-1988 14-09-1988 14-09-1988	